

# Deformation and Fracture Behavior of Ni<sub>3</sub>Al-based Intermetallic Compounds(Ni<sub>3</sub>Al系金 属間化合物の変形と破壊)

著者	金 睦 淳
号	1188
発行年	1988
URL	<a href="http://hdl.handle.net/10097/9924">http://hdl.handle.net/10097/9924</a>

氏 名	Kim 金 睦 淳
授 与 学 位	工 学 博 士
学位授与年月日	平成元年 3 月 24 日
学位授与の根拠法規	学位規則第 5 条第 1 項
研究科, 専攻の名称	東北大学大学院工学研究科 (博士課程) 材料物性学専攻
学 位 論 文 題 目	Deformation and Fracture Behavior of Ni <sub>3</sub> Al-based Intermetallic Compounds (Ni <sub>3</sub> Al 系金属間化合物の変形と破壊)
指 導 教 官	東北大学教授 和 泉 修
論 文 審 査 委 員	東北大学教授 和 泉 修      東北大学教授 及 川 洪 東北大学教授 花 田 修治

## 論 文 内 容 要 旨

Ni<sub>3</sub>Al は Ni 基耐熱合金の析出強化相である  $\gamma'$  相の基本をなす代表的な L1<sub>2</sub> 型金属間化合物であり、強度が温度の上昇と共に増加するという通常の金属材料にはみられない優れた高温特性を持っている。この特異性に加えて、融点も高く、耐クリープ性、耐疲労性にも優れ、有望な耐熱材料として注目されてきた。その反面、粒界破壊が起こりやすいため成形加工することができず、実用化に関する研究が遅れていた。しかし、微量のボロンを添加することにより粒界破壊が抑えられ常温延性が確保されて以来、単体の耐熱構造材料としての Ni<sub>3</sub>Al に再び大きな注目が集められ、この分野の研究が日本とアメリカを中心に精力的に進められており、西欧諸国においても新しい動きが始まりつつある。

Ni<sub>3</sub>Al を高温用構造材料として実用化を図るためには変形と破壊挙動に関する機械的諸特性の知見が必要不可欠である。しかし、従来の研究は殆どが降伏強度の正の温度依存性の解明に集中しており、破壊を含む変形挙動を詳細に検討したものは見当たらない。この点に着目して本研究では、Ni<sub>3</sub>Al をベースとする単結晶および多結晶試料についての破壊までの全変形挙動を系統的に調べることを目的とした。特に多結晶試料においては高温脆性の解明とその克服に重点を置いた。なぜならば、Ni<sub>3</sub>Al の常温延性は、前述したように、ボロン添加により改善されたものの、高温での脆性

は依然として残存し、高温材料としては致命的な弱点となっているためである。本論文は以上のよう  
な研究結果をまとめたもので、全編11章よりなる。

第1章は緒論で、金属間化合物の紹介から始まり、 $\text{Ni}_3\text{Al}$ のユニークな機械的・物理的特性と研  
究背景をレビューした後、本論文の目的と意義について述べた。

第2～7章は単結晶に関するものである。

第2章では室温における変形・破壊挙動に対するTiやTaの添加の影響を様々な結晶方位を用  
いて調べた。単一相から成る $\text{Ni}_3\text{Al}$ 単結晶は育成が困難であるため、固溶強化の最も小さいTiを  
5 at%置換した $\text{Ni}_{75}\text{Al}_{20}\text{Ti}_5$ を基準単結晶として選び、 $\text{Ni}_{75}\text{Al}_{15}\text{Ti}_{10}$ を用いてTi添加元素濃度  
の影響を、 $\text{Ni}_{75}\text{Al}_{20}\text{Ta}_5$ を用いて固溶強化の著しいTa添加の影響を明らかにした。 $\text{Ni}_{75}\text{Al}_{20}\text{Ta}_5$   
および $\text{Ni}_{75}\text{Al}_{15}\text{Ti}_{10}$ においてはいずれの方  
位の試料においても{001}ヘキ開破壊が支配  
的であるが、 $\text{Ni}_{75}\text{Al}_{20}\text{Ti}_5$ の場合には方位に  
依存して{111}すべり面破壊が現れることが  
見出された。Fig.1に{111}すべり面破壊の  
代表例を示す。また、伸びも置換元素の量お  
よび種類に敏感であり、固溶強化にともない  
伸びが減少した。

第3章では強度がピーク値を示す温度  
( $T_p$ )より高温(973K)での引張特性を  
 $\text{Ni}_{75}\text{Al}_{20}\text{Ti}_5$ を用い、方位を関数として調べ  
た。方位によってはFig.2に示すような変形  
帯が観察されたが、このような変形帯は応力-  
ひずみ曲線上のセレーションと対応していた。  
変形帯の発生機構を明らかにするために  
Electron Channeling Pattern (E.C.P.)  
を用いて試料面の結晶方位を調べたが、Fig.2  
のA部分の観察結果をFig.3に示す。

Fig.3からわかる  
ように、試料ホルダー  
に近い部分ではマト  
リックスの方位が約  
14°の差を生じてお  
り、局部的に比較的  
大きな回転が起こっ  
ている(1, 3, 5, 7)  
が変形帯の中(2, 4,

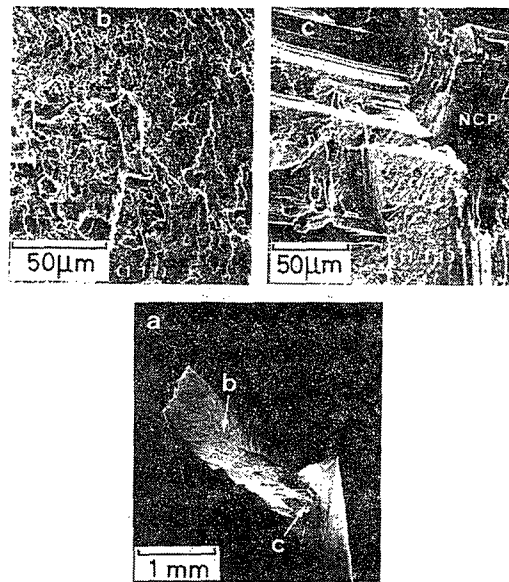


Fig.1 SEM fractographs of single crystal  $\text{Ni}_{75}\text{Al}_{20}\text{Ti}_5$  for  $[\bar{1}11]$  tensile axis.

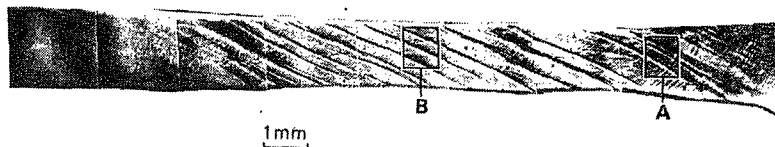


Fig.2 SEM micrograph showing deformation bands in an approximately 11% elongated  $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$  single crystal initially oriented near  $[\bar{1}13]$ .

6) は同一結晶方位を有している。一方、Fig.2においてBで示した試料の中央部分ではマトリックスの方位差は殆どなく、変形帯はマトリックスと約 $24^\circ$ の角度をなして存在している。以上の事実より、試料ホルダーの拘束作用のために形成される局部的湾曲部分を緩和すべく変形帯すなわちキンク帯が形成されることが明らかになった。なお、キンク帯が形成される試料においてはキンク帯界面に沿う破壊が観察された。一方、これまでは $T_p$ 以上において $\{001\}$ すべりのみが働くとして報告されてきたが、高ひずみ側においては $\{001\}$ すべり以外に $\{111\}$ すべりも活動することが今回見出された。

第4章では、第3章と同じ試料を用いて、代表的な結晶方位を選び、室温から1273Kまでの広い温度範囲での挙動を調べた。 $T_p$ は方位により異なるが、いずれの方位においても $T_p$ 以下の温度範囲においては、破壊様式は温度にあまり依存しないが、伸びは温度上昇とともに減少した。一方、 $T_p$ より高温側においては方位と温度に依存して、 $\{001\}$ へき開破壊、 $\{111\}$ すべり面破壊、キンク帯界面に沿った破壊、fan-like fractureが観察された。伸びは $\{001\}$ へき開破壊および $\{111\}$ すべり面破壊が抑えられた場合に増大する傾向を示す。

第5章では同じ $L1_2$ 型の $Ni_3Ge$ と $Ni_3Fe$ の挙動を $Ni_3Al$ 系と比較したものである。原子結合様式により $Ni_3Ge$ はセラミックス的金属間化合物、 $Ni_3Fe$ は金属的な化合物と理解されており、 $Ni_3Al$ はこれらの中間に属すると言われている。まず、 $Ni_3Ge$ においては、共有結合的結合様式とともに、その強度レベルも $Ni_{76}Al_{20}Ti_4$ より高く、いずれの方位においても、脆性的なへき開破壊を示した。一方、最も金属的な結合様式を持つ $Ni_3Fe$ は、強度も同じ方位の $Ni_3Al$ 系に比べ低く、大きな伸びとともに絞りがほぼ100%にまで達し、chisel-edge fractureにより破断される。

第6章ではボロンを0.24at%添加した $Ni_{76}Al_{19}Ti_5$ 単結晶を用いて、室温における機械的性質の諸特性を前章の無添加の場合と比較して検討を行なった。降伏ならびに破断応力はいずれの方位においても無添加の場合より増加しているが、伸びおよび加工硬化率は無添加の場合と比べ大きな差は認められなかった。破面の観察結果、 $\{001\}$ へき開破壊が著しく抑えられていることが判明され

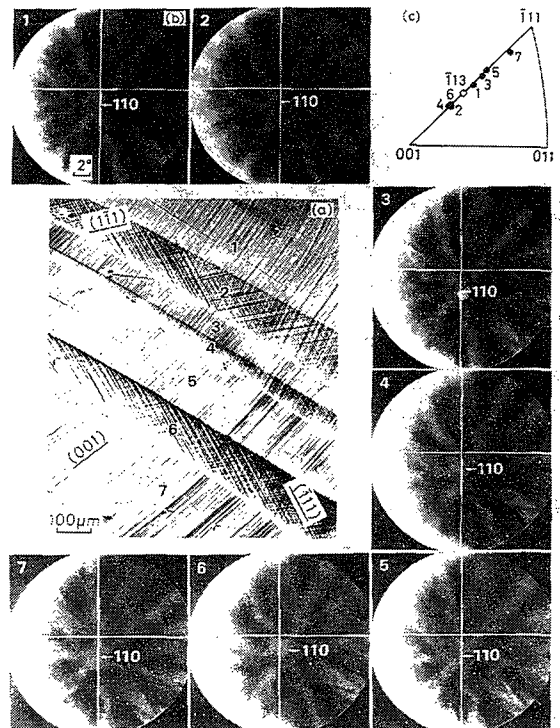


Fig.3 SEM micrograph showing deformation bands of the squared region A (in Fig. 2) (a) ECP's taken from the regions 1, 2, 3, 4, 5, 6 and 7 (b) and specimen axis orientations of the regions (c) .

た。このことは、ボロンを添加することによりヘキ開面上の結合力が向上されたためと推定された。なお、ボロン添加材の破断はいずれの方位の試料においても分解せん断応力によって支配されることが明らかになり、上記の破面観察結果とよく対応した。

第7章ではボロンの効果をさらに高温まで調べたものである。ボロン添加により、 $T_p$ が高温側へシフトすることが明らかになった。また、 $T_p$ の前後における活動すべりの温度および方位依存性には無添加の場合と大きな差は認められなかった。破面も $T_p$ 以下の温度においては、大きな温度依存性がないため、ボロン添加により、広い温度範囲においてヘキ開破壊が抑えられることがわかった。 $T_p$ 以上では破面に大きな差はなかった。

上述の単結晶に対する研究に引継ぎ、第8～10章においては多結晶材についてのものである。

第8章は $Ni_3Al$  (24at%Al) にボロンを0.24at% 添加した試料を用いて、まずは再結晶法により結晶粒を広範囲にわたって調整することに努めた。その結果、結晶粒度を $1.6\mu m$ から $208\mu m$ まで変化させることに成功したが、 $1.6\mu m$ という微細粒度は $Ni_3Al$ としてはこれまでの報告に見当たらない。これらの試料を用いて、常温における強度と破壊に及ぼす結晶粒の影響を調べた。強度と結晶粒の関係がHall-Petchの関係式に従うことを明らかにし、従来の論争に終止符を打った。また、破面はいずれの試料においても延性的な粒内破壊が支配的であるが、破壊様式は結晶粒によって $\{111\}$  すべり面破壊、slant 型破壊およびcup-cone 型破壊に変化することが判明された。

第9章は結晶粒の影響をさらに高温まで調べたものである。特筆すべきことは、結晶粒が大きい試料においては、従来の報告通り、温度上昇とともに延性が低下し、高温脆性が現われるが、組織が微細であれば高温領域においてさらに延性が向上した点である。また、組織観察の結果から、高温においてはすべりだけでなく、動的再結晶および粒界すべりも変形に大きく関与していることを見出し、これらの機構と結晶粒および温度との関係を詳細に検討し、高温脆性の本質とその解決策を得ることに成功した。

第10章では、上記のような変形機構が温度と結晶粒だけでなくひずみ速度にも敏感であろうというアイデアをもとに研究を進めた。その結果、973Kにおいて、低ひずみ速度域において、160%という巨大伸びを示す超塑性現象を発見した。Fig.4 に超塑性伸びを示して破断した試験片の代表例(B)を変形前の試験片(A)と比較して示す。超塑性伸びを示した試料の変形後の組織観察によると、結晶粒は伸長せず、等軸晶を保ち続けており、従来の微細結晶粒超塑性における金属組織上の特徴と一致した。しかし、変形初期から動的再結晶が著しく観察されることによ

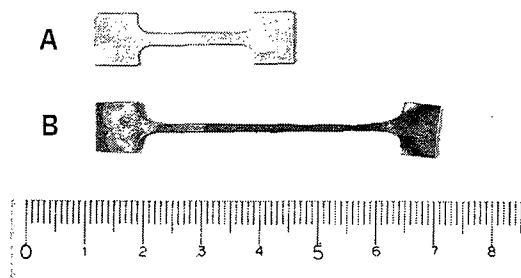


Fig.4 An example of a superplastic extension of recrystallized  $Ni_3Al$  doped with boron. Specimen A is undeformed. Specimen B, having a grain size of  $1.6\mu m$ , was deformed superplastically at 973K with an initial strain rate of  $5.2 \times 10^{-5} s^{-1}$ , and fractured at an elongation of 160%.

り、動的再結晶によって変形が支配されていると考察した。単相の  $\text{Ni}_3\text{Al}$  に超塑性現象が存在することが発見されたことから、この種の金属間化合物の工業材料としての応用に少なからぬ発展をもたらしたと考えられるばかりでなく、今後の他の金属間化合物の加工性改善にも明るい展望を与えるものと思われる。

最後の第11章は総括である。

## 審 査 結 果 の 要 旨

$\text{Li}_2$  型金属間化合物  $\text{Ni}_3\text{Al}$  は温度上昇につれて強度が増大するという異常性を示すため、耐熱材料として注目されるようになった。しかし、従来の研究は殆どが降伏強度に関するもので、破壊を含む変形挙動を詳細に検討したものは見当たらない。この点に着目して著者は、 $\text{Ni}_3\text{Al}$  の単結晶・多結晶試料についての破壊までの全変形挙動を系統的に調べ上げた。本論文はそれらの成果をまとめたもので、全編11章よりなる。

第1章の緒論に続く第2～7章は単結晶に関するものである。

第2章は室温における変形・破壊挙動に対するTiやTaの添加の影響を調べているが、ここで特筆されるべきは顕著な  $\{111\}$  すべり面破壊の発見である。

第3章では高温(973K)での挙動を調べている。キンク帯界面に沿う破壊や、 $\{100\}$  すべり以外に従来方向のなかった  $\{111\}$  二次すべり系の活動を見出している。

第4章では室温～1273Kの広い温度範囲での挙動について調べ、各段階でのすべり系と破壊形態を結晶方位との関係で明らかにしている。

第5章は同じ  $\text{Li}_2$  型の  $\text{Ni}_3\text{Ge}$  と  $\text{Ni}_3\text{Fe}$  の挙動を  $\text{Ni}_3\text{Al}$  と比較したものであり、原子結合様式による変形挙動の差を提示している。

第6章ではB添加の影響を述べている。Bを添加すると強度を上昇させ、ヘキ開破壊を抑制する。従来B添加による延性改善効果は、多結晶材におけるBの粒界偏析にのみ関係づけられていたが、単結晶を使って粒内における効果をも明らかにしたことは意義が大きい。

第7章はBの効果をさらに高温まで調べたものである。B添加により強度のピーク温度が高温側に移ることを明らかにしている。

上述の単結晶に対する検討に引継ぎ、第8～10章において多結晶材についての検討を展開している。著者は再結晶法により1.6～208  $\mu\text{m}$  にわたる結晶粒径をもつ多結晶材を得ることに成功し、第8章において強度と結晶粒度の関係がHall-Petchの関係式に従うことを明らかにし、従来の論争に終止符を打った。

第9章では組織が微細であれば高温でも延性が増大することを見出し、そして遂に第10章において巨大伸びを示す超塑性現象の発現を突きとめた。このことは精密成形に明るい展望を与えるものである。

第11章は総括である。

以上要するに本論文は、 $\text{Li}_2$  型金属間化合物  $\text{Ni}_3\text{Al}$  の変形・破壊挙動を、系統的かつ総合的に明らかにしたもので、得られた数々の知見は材料物性学の発展に寄与するところが少なくない。

よって、本論文は工学博士の学位論文として合格と認める。